

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-275309

(43)Date of publication of application : 06.12.1991

(51)Int.Cl.

B28B 11/00

B01J 35/04

B28B 3/26

B28B 11/04

C04B 38/06

(21)Application number : 02-075602

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 27.03.1990

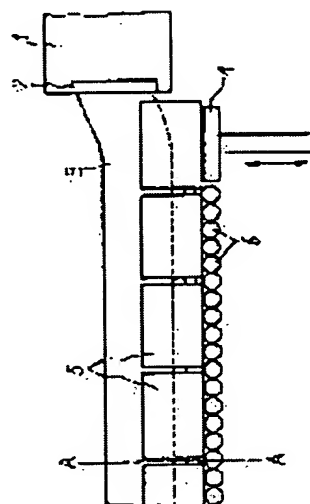
(72)Inventor : HORIKAWA OSAMU
HIJIKATA TOSHIHIKO

(54) MANUFACTURE OF CERAMIC HONEYCOMB STRUCTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve mechanical strength, perfect roundness and dimensional accuracy, by a method wherein the title method is provided with a process manufacturing a ceramic honeycomb fired material, a process removing the fringe part by processing and a process forming an outer wall part on an outer circumferential surface.

CONSTITUTION: Ceramic body is extruded continuously through a mouthpiece 2 of a plunger molding machine 1, and a long-sized ceramic honeycomb molded material 3 is extrusion-molded. Then the ceramic honeycomb molded material is dried and fired and ceramic honeycomb fired material is manufactured. Then the fringe part of the ceramic honeycomb fired material is removed by processing, preferably grinding processing and size of the same is made smaller than fixed dimensions. Finally, a coating material is applied to the outer circumferential surface of the ceramic honeycomb fired material from which the fringe part is removed, the coating material is cured by drying and a honeycomb structural material having fixed dimensions is manufactured. Then the coating material is applied to the outer circumferential surface of the ceramic honeycomb fired material which is after removal of a deformed cell by



the grinding processing, dried and outer wall part is provided.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-275309

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)12月6日

B 28 B	11/00	Z	2102-4G
B 01 J	35/04	3 0 1 N	6939-4C
B 28 B	3/26	A	7224-4G
	11/04		2102-4G
C 04 B	38/06	C	7202-4G

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全6頁)

⑯ 発明の名称 セラミックハニカム構造体の製造方法

⑰ 特 願 平2-75602

⑱ 出 願 平2(1990)3月27日

⑲ 発 明 者	堀 川 修	愛知県豊田市栄町南端150番地11
⑲ 発 明 者	土 方 俊彦	愛知県名古屋市緑区神沢2丁目1607番地
⑲ 出 願 人	日本碍子株式会社	愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
⑲ 代 理 人	弁理士 杉村 暁秀	外5名

明 細 書

1. 発明の名称 セラミックハニカム構造体の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. セラミック杯土を押出成形し、乾燥、焼成してセラミックハニカム焼成体を製造する工程と；

このセラミックハニカム焼成体の周縁部を加工により除去する工程と；

この加工後のセラミックハニカム焼成体の外周部に外壁部を形成する工程とを有することを特徴とするセラミックハニカム構造体の製造方法。

2. 前記加工後のセラミックハニカム焼成体の外周部にコーティングを施し、乾燥して前記外壁部を形成することを特徴とする請求項1記載のセラミックハニカム構造体の製造方法。
3. 前記コーティングを、セラミック粉末とセラミックファイバーとバインダーとを含有するコーティング材によって施すことを特徴と

する請求項2記載のセラミックハニカム構造体の製造方法。

4. 前記コーティングに用いるコーティング材の粘度が100 ポイズ以上、200 ポイズ以下であることを特徴とする請求項2又は3記載のセラミックハニカム構造体の製造方法。
5. 周速 750～2100 ｒ/min の砥石を用い、0.7 ～0.9 mm/秒の加工速度で前記セラミックハニカム焼成体の周縁部に研削加工を施し、この周縁部を除去することを特徴とする請求項1記載のセラミックハニカム構造体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はセラミックハニカム構造体、特にディーゼルエンジンの微粒子除去に用いられる大型ハニカム構造体、自動車排ガスの浄化用触媒担体等に用いられる薄壁又は緻密セラミック構造体に関するものである。

特開平3-275309(2)

(従来の技術)

従来、コージュライト粉末・コージュライト形成原料と成形助剤又は造孔剤を混合し、混合して得たセラミック杯土を押出成形してセラミックハニカム成形体を作製し乾燥した後、作製したセラミックハニカム成形体を所定温度下で連続炉(トンネル炉)又は単独炉により焼成して最終的なセラミックハニカム構造体を得ていた。

(発明が解決しようとする課題)

しかし、ディーゼルエンジンの酸粒子除去用に用いられる、たとえば径190.5 mm以上で長さ203.2 mm以上の大型ハニカム(以下大型ハニカムという)や、セル厚が0.152 mmより薄い薄型のセラミックハニカム成形体(以下薄型ハニカムという)を作る場合、この押出成形時に、成形体の自重が大きすぎたり、成形体自身の強度が不十分であったりすることから、自重を支えきれず、成形体外周縁部のセルが潰れたり、くの字状に変形し、焼成後に所定の強度が得られないことがあった。また、製品の強度をあげる目的で気孔率を下げた緻密セ

ラミックハニカム(以下緻密セラミックハニカムという)成形体の場合のように、収縮率の大きな材料を使用する場合には、焼成時に真円度が悪化し、寸法精度が悪化する問題があった。

製品強度を向上させる目的で、実開昭53-133860号において、外壁の外周面に軸(うわぐすり)思を保持したセラミックハニカム構造体が開示されている。この構造体は、セラミックハニカム成形体を乾燥した後、スプレーコーティングにより軸層を形成し、焼成することによって製造される。しかし、セラミックハニカム成形体の周縁部のセルに変形が生じたものに対して新たに軸層を形成しても、依然として所定の製品強度が得られないという問題がある。また、緻密ハニカム成形体の場合のように、収縮率の大きな材料では、焼成後に変形するという問題が依然として残されている。

更に、セラミックハニカム構造体の寸法精度を向上させるため、外周面をコートした構造体が実開昭62-87125号に開示されている。これ

は、予め所定寸法より寸法の小さいセラミックハニカム成形体を押出成形し、乾燥又は焼成した後、コーティングを設け、構造体の寸法精度を向上させようとするものである。しかし、上記したように、セラミックハニカム成形体の周縁部のセルに変形が生じたものに対してコーティングを設けることにより寸法精度は向上するが、依然として所定の製品強度は得られなかった。

本発明の課題は、セラミックハニカム構造体の機械的強度、真円度、寸法精度を向上させることができる、セラミックハニカム構造体の製造方法を提供することである。

(課題を解決するための手段)

本発明は、セラミック杯土を押出成形し、乾燥、焼成してセラミックハニカム焼成体を製造する工程と;

このセラミックハニカム焼成体の周縁部を加工により除去する工程と;

この加工後のセラミックハニカム焼成体の外周面に外壁部を形成する工程とを有することを特徴

とするセラミックハニカム構造体の製造方法に係るものである。

(実施例)

以下、本発明の製造方法の実施例を順次説明する。

第1図は実施例に係るセラミックハニカム構造体の製造方法を示すフローチャートである。

まず、低膨張コージュライトセラミックスを焼成により生成するコージュライト化原料、即ち、微粒のタルク、カオリン、アルミナおよび他のコージュライト化原料に成形助剤及び/又は造孔剤を加えて混合し、混合混練し押出成形可能に可塑化し、このセラミック杯土を押出成形してセラミックハニカム成形体を製造する。使用される微粒タルクは特にアルカリ成分の少ないものが好ましく、また、タルク、カオリンの微粒子化に際し、乾燥、焼成時での収縮等によるハニカム構造体変形発生抑制に効果的な仮焼タルク、仮焼カオリンを使用すると良く、このときの粒度は生原料と同様の微粒物を使用する。

特開平3-275309(3)

尚、成形助剤としては、例えばメチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリビニールアルコール、澱粉類、小麦粉、グリセリンなどの有機バインダーや界面活性剤、ワックス等のなかから用途に合ったものを選択し、また造孔剤としては、例えばグラファイト、澱粉、おがくず等のなかから適合するものを選択するのが好ましい。

ここで、セラミックハニカム押出成形体の状態について説明する。

第2図に概略的に示すように、まずブランチ成形機1の口金2からセラミック杯土を連続的に押し出し、長尺のセラミックハニカム成形体3を押し成形する。これに伴い、受台供給機4を矢印で示すように上下させて口金2の付近に連続的に受台5を供給し、セラミックハニカム成形体3を受台5上に受け、コロコン6上で第2図において左方向へと移動させる。

このセラミックハニカム成形体3の移送装置を、第2図のA-A線で切って見ると、第3図に示すように、受台5の凹部5a内にセラミックハニカ

ム成形体3が安定に収容されていることが解る。なお、第3図中、7はスペーサである。第3図において、B部を更に拡大すると、第4図に示すように、セラミックハニカム構造体3の周縁部10に隔壁がくの字状に変形した変形セル8が多数発生している。

本発明においては、この後、セラミックハニカム成形体を乾燥、焼成し、セラミックハニカム焼成体を製造する。

次いで、セラミックハニカム焼成体の周縁部を加工、好ましくは研削加工によって除去し、所定寸法より寸法を小さくする。最後に、周縁部を除去したセラミックハニカム焼成体の外周面にコーティング材を塗布し、乾燥してコーティング材を硬化させ、所定寸法のセラミックハニカム構造体を製造する。

セラミックハニカム焼成体の周縁部を加工によって除去する際、外周面から2セル分以上除去することが好ましく、2〜4セル分除去すると更に好ましい。

本実施例に係るセラミックハニカム構造体の製造方法によれば、セラミックハニカム焼成体の周縁部を研削加工によって除去しているので、この周縁部に存在する変形セルを除くことができ、またセラミックハニカム焼成体全体の真円度が低い場合にも研削加工により真円度を高めて寸法精度を向上させることが可能である。

そして、研削加工により変形セルを除去した後のセラミックハニカム焼成体の外周面にコーティング材を塗布し、乾燥して外壁部を設けているので、セラミックハニカム構造体の機械的強度を高くできる。

しかも、このコーティング材の焼成は行わないので、この焼成によるセラミックハニカム構造体の寸法変化、真円度の悪化を招くことはない。

なお、セラミックハニカム焼成体の外周面にコーティング材を塗布した後は、上記したように、焼成しないことが望ましいが、用途に応じて選択することが必要である。即ち、高い熱衝撃性が要求され、焼成による構造体の寸法変化が少ない場

合は、コーティング材の塗布後に焼成を行ってもよい。

セラミックハニカム焼成体の外周面の研削加工は、砥石の周速750〜2100 m/min、特に1300〜1500 m/minの範囲で行うことが好ましい。これが750 m/min未満では、研削加工に要する時間が長くなり、製品のコストを不必要に高くすることとなり、2100 m/minを越えると、セラミックハニカム焼成体が欠けたりして所望の寸法精度が得られないおそれがある。

研削加工は0.7〜0.9 mm/秒の速度で行うことが好ましい。研削加工速度が0.7 mm/秒未満であるとやはり加工時間が長くなるという問題があり、0.9 mm/秒を超えるとチップングを起こすという問題があり、砥石の寿命を短くする。

コーティング材にセラミックファイバーと無機バインダーとを使用すると外壁部の強度を大きくすることができ、更に、セラミックハニカム構造体と同様の基地、例えばコージュライト粉末を添加すると、本体との熱膨張差を少なくすることが

特開平3-275309(4)

できるので好ましい。また、コーティング材の粒度は100～200ボイズとするのが好ましい。この粒度が100ボイズ未満であると、コーティング材が多孔質のセラミックハニカム構造体に吸収されてコーティング材の使用量が増え、製品のコスト上昇を招き、コーティング材の粒度が200ボイズを超えると、コーティング材が構造体の外周に均一に広がらないため、寸法精度が悪化するという問題が生じ易い。

コーティング材としては、更に、例えば「FIBERPRAX QF-180 (又はQF-150) コーティングセメント」、「FIBERPRAX QF-180 PP コーティングセメント(寒冷地タイプ、不凍液入)」、「以上、東芝モノフラックス社製)等を、コージュライトセルペンと併用したものが好ましい。ここで、上記の各コーティングセメントは、いずれもセラミックファイバーと無機バインダーとからなるものである。コージュライトセルペンは、コーティングセメントの骨材としての働きをするもので、平均粒子径は2～8 μ mとするのが好ましい。

径101.6mmのセラミックハニカム構造体を得た。

研削条件

砥石の周速 1500m/min

送り速度 0.9mm/min

コーティング材

粒度: 150ボイズ

「QF-180PP コーティングセメント」75重量%
(SiO₂ 60.0, Al₂O₃ 39.2, H₂O 0.4, HgO 0.3, 他の無機質0.1, 不凍液入)

コージュライト粉末

(平均粒子径2 μ m) 25重量%

また、上記において、周縁部研削工程とコーティング材の塗布、乾燥工程を実施しなかったセラミックハニカム焼成体を従来品とし、この従来品と上記の本発明品との双方についてアイソスタティック強度の測定を行った。具体的には、従来品及び本発明品をゴム型に包んで密封し、水を満たした压力容器中に入れ、圧力を徐々に上げて、破壊音が生じたときの圧力をセラミックハニカム構造体の強度とした。

以下、更に具体的な実施例について説明する。

コージュライト生成原料であるタルク、カオリン、アルミナを所定量ずつ混合し、水、バインダーを加えて混練し、真空土練機で円柱状成形体を成形した。この円柱状成形体をブランジヤ成形機へと投入し、押出用口金を通し、4mil/400psi径123mmのセラミックハニカム成形体を押出成形した。この時、セラミック杯土の自重により、セラミックハニカム成形体の受台に接する面に沿って、周縁部のセルが外周面から約2セル分変形していた。このセラミックハニカム成形体を誘電乾燥し、次いで焼成して径110mmのセラミックハニカム焼成体を得た。

次いで、このセラミックハニカム焼成体の周縁部を外周研削機で約4.5mm分(3セル分)削り取り、径101mmの大きさになるまで研削加工し、これにより上記の変形セル部分を除去した。次いで、この研削加工後のセラミックハニカム焼成体の外周面全体に、下記の組成からなるコーティング材を塗布し、93℃で1時間、120℃で2時間乾燥し、

この結果、従来品は約7.0kg/cm²の圧力で破壊していたが、本発明品は約26kg/cm²まで破壊しなかった。

本発明は上述した実施例にのみ限定されるものではなく、幾多の変形、変更が可能である。本実施例ではセラミックハニカム構造体の後方側の断面形状として正円のものを用いたがこれに限定されることなく、例えば楕円形状、四角形状、その他非対称形状のものでもよい。

また、セルの形状は、本実施例では正方形であるがこれに限定するものではなく、三角形、六角形でもよい。

なお、材質についても、本実施例ではコージュライトを用いたがこれに限定するものでなく、構造についてもセルの両端面を交互に目対したハニカム構造体へ適用も可能である。

(発明の効果)

本発明に係るセラミックハニカム構造体の製造方法によれば、セラミックハニカム焼成体の周縁部を加工によって除去しているため、この周縁部

特開平3-275309(5)

に存在する変形セルを除くことができ、またセラミックハニカム焼成体全体の真円度が低い場合にも加工により真円度を高めて寸法精度を向上させることが可能である。

そして、加工により強度の低い変形セルを除去したうえ、更にセラミックハニカム焼成体の外面に外壁部を形成しているので、セラミックハニカム構造体の機械的強度を非常に高くすることができる。更に、この結果として、同軸部のセルの変形によって従来強度不良となるような焼成品であっても、本発明の製造方法によって十分な強度を付与することが可能となるため、製品の歩留が著しく向上する。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例に係るセラミックハニカム構造体の製造方法を示すフローチャート、

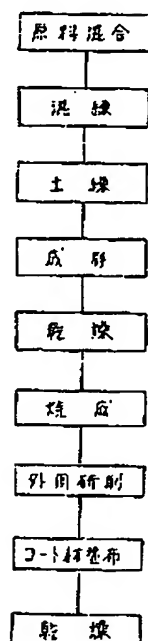
第2図はブランジャ成形機の口金からセラミック杯土を押出成形している状態を示す概略図、

第3図は第2図のA-A線断面図、

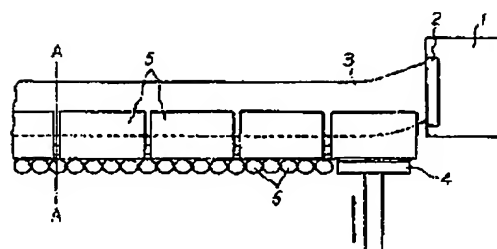
第4図は第3図におけるB部の拡大図である。

- | | |
|----------------|--------|
| 1…ブランジャ成形機 | 2…口金 |
| 3…セラミックハニカム成形体 | 6…コロコン |
| 5…受台 | 8…変形セル |
| 7…スベータ | |
| 10…同軸部 | |

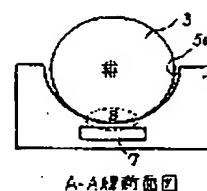
第1図



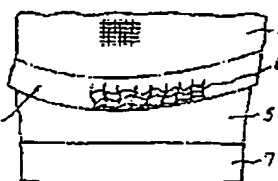
第2図



第3図



第4図



特開平3-275309(6)

手続補正書

平成 9 年 4 月 12 日

特許庁長官 植 松 敏 昭

1. 事件の表示

平成 2 年 特 許 願 第 73602 号

2. 発明の名称

セラミックハニカム構造体の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特 許 出 願 人

(406) 日 本 硝 子 株 式 会 社

4. 代 理 人

住 所 東京都千代田区豊が岡三丁目2番4号
 飯山ビルディング7階 電話(3581)2241番(代表)

氏 名 (5825) 弁 理 士 杉 村 範 秀

住 所 同 所

氏 名 (7205) 弁 理 士 杉 村 興 作

5. 補正の対象 明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容 (39頁のとおり)

3. 4. 12

1. 明細書第3頁第4行の「押出形成」を「押出成形」に訂正する。
2. 同第7頁第3行の「小麦粉、」を削除し、同頁第16行の「コロコン6」を「コンベア6」に訂正する。
3. 同第12頁第4行の「真空±線機」を「真空±線機」に訂正する。